

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-330819  
(43)Date of publication of application : 14.12.1993

---

(51)Int.Cl. C01F 7/02  
B02C 23/06  
(21)Application number : 04-138154 (71)Applicant : SUMITOMO CHEM CO LTD  
(22)Date of filing : 29.05.1992 (72)Inventor : MURAKAMI MITSUAKI  
SHIBATA SEIJI  
KAMEDA ISAO

---

## (54) DRY PULVERIZING METHOD FOR ALUMINA

### (57)Abstract:

PURPOSE: To efficiently and safely dry-pulverize alumina without any trouble in operability by adding a prescribed amount of alumina into polyethylene glycohol or polypropyleneglycohol having a prescribed molecular weight.

CONSTITUTION: A pulverization additive consisting of polyethyleneglycohol having 20-600 molecular weight or polypropyleneglycohol having 400-700 molecular weight is prepared. The pulverization additive of 0.05-0.5wt.% (per alumina) is added into alumina and is pulverized in a ball mill or a vibration mill. As a result, an alumina powder excellent in dispersibility to an aq. medium is obtained excellently in pulverization efficiency, safely and without any trouble in operability. In the case of being applied for a castable refractory use, the alumina powder has excellent fluidability and sinterability even if water amount for kneading is decreased.

---

### LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 12.03.1999  
[Patent number] 3316872  
[Date of registration] 14.06.2002

---

Description of [0008] in JP 05-330819

[0008]

Hereafter the present invention is described more in detail. Alumina powder involved in the present invention does not especially restrict the manufacturing method thereof, however; usually alumina powder is applied, of which mean particle size of primary particles is from about 0.2  $\mu\text{m}$  to about 10  $\mu\text{m}$  and mean particle size of secondary particles is from about 10  $\mu\text{m}$  to about 100  $\mu\text{m}$ . As such an alumina, the alumina powder obtained by the Bayer process is included.

特開平5-330819

2

の摩擦による温度上昇が生じる場合があるので、メチルアルコールやエチルアルコール等の使用は粉砕雰囲気を窒素等の不活性ガスでシールする等の防爆対策を必要とする等、操業が煩雑となるばかりか、設備費、粉砕コスト等も高くなる等の不都合を生じる。

【0005】一方、防爆面より難燃性物質を用いることも考えられるが、これら難燃性物質はアルミナ粉末を焼結体とした場合、不純物として取り込まれ欠陥を生じ焼結体の機械的強度の低下の原因となる可能性がある。

0 【0006】

【発明の解決しようとする課題】かかる事情下に鑑み、本発明者等は乾式粉砕に於いて、粉砕効率に優れ、かつ特別な粉砕機器の改良や粉砕雰囲気制御の必要性もなく、加えて粉砕後のアルミナ粉末が成形時、水性溶媒を用いても特に分散性の問題もない、アルミナの乾式粉砕方法を見いだすべく鋭意検討した結果、特定のアルミナの粉砕時に特定の物質を存在させて粉砕を行うことにより上記問題を全て解決し得ることを見いだした。

【0007】

0 【課題を解決するための手段】すなわち、本発明はポリエチレングリコールまたはポリプロピレングリコールの存在下にアルミナを粉砕することを特徴とするアルミナの乾式粉砕方法を提供するにある。

【0008】以下、本発明方法をさらに詳細に説明する。本発明の対象とするアルミナ粉末は特にその製造方法を制限するものではないが、通常、平均一次粒子径が約0.2  $\mu\text{m}$ ～約10  $\mu\text{m}$ で平均二次粒子径が約10  $\mu\text{m}$ ～約100  $\mu\text{m}$ 程度のアルミナ粉末に適用される。このようなアルミナとしては就中、パイヤー法により得られたアルミナ粉末が挙げられる。

【0009】乾式粉砕に使用する粉砕機はボールミル、振動ミル等が挙げられる。これらは回分式、連続式のいずれであってもよい。粉砕に際して、砕料の種類、粉砕媒体に対する砕料の量等の粉砕条件は公知の範囲で使用される。また、ポリエチレングリコールまたはポリプロピレングリコール（以下、粉砕助剤と称する場合もある）の添加時期も公知方法であればよく、例えば粉砕に際し予めアルミナ粉末と混合していてもよいし、粉砕機にアルミナ粉末を供給後、粉砕助剤を添加してもよい。

0 【0010】本発明に適用する粉砕助剤の一種はポリエチレングリコールであり、ポリエチレンオキシド、ポリオックス、カーボワックスとも呼称されている。ポリエチレングリコールは種々の分子量のものが市販されており、通常分子量が増すに従い引火点は上昇するが、他方、水や有機溶媒に対する溶解性は低くなり、室温での状態も液体状から固体状になるため、アルミナ粉末中に均一に分散させることが困難になる。それ故、本発明方法への適用に於いては分子量200～約600程度のものが好適に使用される。また、ポリプロピレングリコールの場合には分子量約400～約700程度のものが好

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号
C 0 1 F 7/02		D 9040-4G
B 0 2 C 23/06		7112-4D

(21)出願番号 特願平4-138154

(22)出願日 平成4年(1992)5月29日

(54)【発明の名称】 アルミナの乾式粉砕方法

(57)【要約】

【構成】 ポリエチレングリコールまたはポリプロピレングリコールの存在下にアルミナを粉砕することを特徴とするアルミナの乾式粉砕方法。

【効果】 特別な粉砕機器の改良や粉砕雰囲気制御の必要がなく、かつ粉砕効率に優れ、水性媒体に対しても分散性の優れたアルミナ粉末を提供し得る。

適に使用される。係る分子量範囲のポリエチレングリコール或いはポリプロピレングリコールは使用する乾式粉碎機の種類、形状、操業条件により一義的ではないが、粉碎機内の雰囲気温度が約200℃程度まで、特別の雰囲気制御なくして操業可能であり加えて約100℃～約200℃の高温雰囲気下で粉碎を実施することにより、ミルパッキン等が生じ難く、粉碎効率が優れるとの利点を有する。

【0011】アルミナ粉末に対する粉碎助剤の添加量は0.05重量%～0.5重量%の範囲である。添加量が上記範囲より少ない場合には助剤効果が少なく、他方多量添加しても、添加量に見合う効果は見られず経済的でない。

【0012】粉碎時間は粉碎に供する原料アルミナ粉末の粒子径、所望とするアルミナ粉末の粉碎後の粒子径、粉碎機の形状、粉碎条件等により一義的ではないが、通常1時間～24時間粉碎すればよい。

【0013】

【発明の効果】以上詳述した本発明方法によれば適用する粉碎助剤の引火点が高いので、粉碎雰囲気を特別に不活性ガス等で置換しなくとも、安全に所望の平均粒子径になるまで粉碎可能であり、且つ微粒の再凝集抑制能に優れるためか、粉碎効率にも優れ、かつ得られた粉碎後の原料アルミナ粉末は水性媒体に対する分散性にも優れ、理由は詳らかではないが、例えばキャストブル耐火物用途に於いて、混練水量を減らしても流動性が良く、焼結性に優れたアルミナ粉末が得られる等、その工業的価値は頗る大である。

【0014】

【実施例】以下、本発明方法を実施例により更に詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例により制限を受けるものではない。尚、実施例に於いて分散性は以下のようにして測定した。分散性：アルミナ1gを50mlの試験管に入れ、これに分散媒として浄水またはトルエン60%；エタノール40%の混合溶液30mlを加えてから混合し、超音波で10分間分散させた後、界面の沈降速度より分散性を調べた。

【0015】実施例1

3.3リットルのポットミルに直径15mmのアルミナボール2950gとBET比表面積4m<sup>2</sup>/g（平均一次粒子径約0.5μm）、平均二次粒子径40μmのバイヤー法により得られたα-アルミナ粉末370gを入れ、さらに粉碎助剤としてポリエチレングリコール（和

光純薬工業社製、一級試薬、分子量400）をアルミナ粉末に対し0.1重量%添加した後、回転数80rpmで原料アルミナを粉碎した。粉碎開始より6時間、10時間及び24時間後の原料アルミナの粉碎程度を平均二次粒子径及び粗粒量にて測定した。その結果を表1に示す。尚、上記粉碎時、容器内温度は約150℃であった。本実施例に於いて平均二次粒子径の測定はセディグラフ5100（マイクロメトリックス社製）を使用し、粗粒量の測定は極微粉分級機（ShodexPSモデルPL-1）を使用して5μm篩に残ったものの重量を測定し算出した。

【0016】実施例2

実施例1の方法において粉碎助剤を分子量600のポリエチレングリコール（和光純薬工業社製、一級試薬）に代えた他は実施例1と同様に原料アルミナの粉碎試験を実施した。結果を表1に示す。

【0017】比較例1

実施例1の方法において粉碎助剤をエチレングリコール（和光純薬工業社製、一級試薬、引火点111℃）に代え、粉碎機内を窒素ガスにより置換して粉碎を実施した他は実施例1と同様に原料アルミナの粉碎試験を実施した。結果を表1に示す。

【0018】比較例2

実施例1の方法において粉碎助剤をステアリン酸（和光純薬工業社製、一級試薬、引火点196℃）に代えた他は実施例1と同様に原料アルミナの粉碎試験を実施した。結果を表1に示す。

【0019】比較例3

実施例1の方法において粉碎助剤を使用しない他は実施例1と同様に原料アルミナの粉碎試験を実施した。結果を表1に示す。

【0020】実施例3

実施例1の方法において添加するポリエチレングリコールをアルミナ粉末に対して0.03重量%に代えた他は実施例1と同様に原料アルミナの粉碎試験を実施した。結果を表1に示す。

【0021】実施例4

実施例1の方法において粉碎助剤をポリプロピレングリコール（キシダ化学社製、分子量400）に代えた他は実施例1と同様に原料アルミナの粉碎試験を実施した。結果を表1に示す。

【0022】

【表1】